(19) 世界知的所有権機関 国際事務局



. | 1707 | 6/6/10 | 1 6/6/10 | 1/6/10 | 1/6/10 | 1/6/10 | 1/6/10 | 1/6/10 | 1/6/10 | 1/6/10 | 1/6/10 | 1/6/10

(43) 国際公開日 2004 年5 月27 日 (27.05.2004)

PCT

(10) 国際公開番号 WO 2004/044259 A1

(51) 国際特許分類⁷:

C23C 14/34,

C22F 1/18, B21J 1/02, 5/00

(21) 国際出願番号:

PCT/JP2003/009574

(22) 国際出願日:

2003 年7 月29 日 (29.07.2003)

(25) 国際出願の言語:

日本語

(26) 国際公開の言語:

日本語

(30) 優先権データ: 特願 2002-329186

2002年11月13日(13.11.2002) JP

- (71) 出願人(米国を除く全ての指定国について): 株式会社 日鉱マテリアルズ (NIKKO MATERIALS CO., LTD.) [JP/JP]; 〒105-8407 東京都港区 虎ノ門二丁目10番1 号 Tokyo (JP).
- (72) 発明者; および
- (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 小田 国博

(ODA,Kunihiro) [JP/JP]; 〒319-1535 茨城県 北茨城市 華川町臼場187番地4 株式会社日鉱マテリアルズ 磯 原工場内 Ibaraki (JP).

- (74) 代理人: 小越勇 (OGOSHI,Isamu); 〒105-0002 東京都 港区 愛宕一丁目2番2号 虎ノ門9森ビル3階 小越国際 特許事務所 Tokyo (JP).
- (81) 指定国(国内): CN, KR, US.
- (84) 指定国 (広域): ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR).

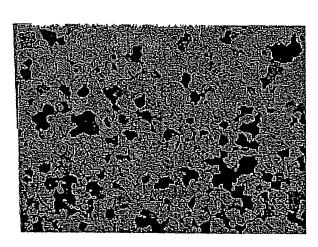
添付公開書類:

- 一 国際調査報告書
- 補正書・説明書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。



(54) 発明の名称: Taスパッタリングターゲット及びその製造方法



(57) Abstract: A method for preparing a Ta sputtering target wherein a Ta ingot or billet formed by melting and casting is subjected to forging, annealing, rolling and the like to prepare a sputtering target, characterized in that it comprises forging the ingot or billet and then subjecting it to recrystallization annealing at a temperature of 1373K to 1673K. The method allows the preparation of a target composed of crystal grains being fine and having uniform diameters through the improvement of the forging step and the heat treatment step, which leads to stable production of a Ta sputtering target exhibiting excellent characteristics.

(57) 要約: 溶解鋳造したTaインゴット又はビレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等によりスパッタリングターゲットを製造する方法において、インゴット又はビレットを鍛造した後に1373K~1673Kの温度で再結晶焼鈍することを特徴とするTaスパッタリ

ングターゲットの製造方法。鍛造工程及び熱処理工程を改良・工夫することにより、結晶粒径を微細かつ均一にし、特性に優れたTaスパッタリングターゲットを安定して製造できる方法を得ることを課題とする。

) 2004/044259 A1 ||||||



明細書

5 Taスパッタリングターゲット及びその製造方法

技術分野

この発明は、溶解鋳造したTaインゴット又はビレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等によりスパッタリングターゲットを製造する方法及びそれによって得られたTaスパッタリングターゲットに関する。

背景技術

10

15

20

30

近年、エレクトロニクス分野、耐食性材料や装飾の分野、触媒分野、切削・研磨材や耐摩耗性材料の製作等、多くの分野に金属やセラミックス材料等の被膜を 形成するスパッタリングが使用されている。

スパッタリング法自体は上記の分野で、よく知られた方法であるが、最近では、特にエレクトロニクスの分野において、複雑な形状の被膜の形成や回路の形成に 適合するTaスパッタリングターゲットが要求されている。

一般に、このTaターゲットは、Ta原料を電子ビーム溶解・鋳造したインゴット又はビレットの熱間鍛造、焼鈍(熱処理)を繰り返し、さらに圧延及び仕上げ(機械、研磨等)加工してターゲットに加工されている。このような製造工程において、インゴット又はビレットの熱間鍛造は、鋳造組織を破壊し、気孔や偏析を拡散、消失させ、さらにこれを焼鈍することにより再結晶化し、組織の緻密化と強度を高めることができる。

25 このようなターゲットの製造方法において、通常再結晶焼鈍は1173K(900°C)程度の温度で実施されている。従来の製造方法の一例を次に示す。

まず、タンタル原料を電子ビーム溶解後、鋳造してインゴット又はビレットとし、次に冷間鍛造-1173Kでの再結晶焼鈍-冷間鍛造-1173Kでの再結晶焼鈍-冷間圧延-1173Kでの再結晶焼鈍-仕上げ加工を行ってターゲット材とする。このTaターゲットの製造工程において、一般に溶解鋳造されたインゴット又はビレットは、50mm以上の結晶粒径を有している。

10

インゴット又はビレットの熱間鍛造と再結晶焼鈍により、鋳造組織が破壊され、 おおむね均一かつ微細(100μm以下の)結晶粒が得られるが、従来の鍛造と 焼鈍による製造方法では、円盤上の中央部から周縁にかけて、皺(しわ)状ある いは筋状の模様が発生するという問題があった。

図2はターゲットの表面の概観を示す図であるが、数本から10数本の黒ずん だ模様が現われている。この部分の結晶粒の顕微鏡組織を図3に示す。結晶の粒 径にそれほどの差異はないが、通常の組織の中に一部、皺状に集合した異相の結 晶粒が観察された。

一般に、スパッタリングを実施する場合、ターゲットの結晶が細かくかつ均一 であるほど均一な成膜が可能であり、アーキングやパーティクルの発生が少なく、 安定した特性を持つ膜を得ることができる。

したがって、鍛造、圧延及びその後の焼鈍において発生する上記のようなター ゲット中の不規則な結晶粒の存在は、スパッタレートを変化させるので、膜の均 一性(ユニフォーミティ)に影響を与え、またアーキングやパーティクルの発生 を促し、スパッタ成膜の品質を低下させるという問題が発生する可能性がある。 また、歪みが残存する鍛造品をそのまま使用することは品質の低下を引き起こ

また、歪みが残存する鍛造品をそのまま使用することは品質の低下を引き起こすので、極力避けなければならない。

20 以上から、従来の鍛造及び焼鈍では、Taスパッタリングターゲットに不規則 な結晶粒が発生し、膜の性質を低下させるという問題があった。

発明の開示

本発明は、上記の問題を解決するために、鍛造工程及び熱処理工程を改良・工 25 夫することにより、結晶粒径を微細かつ均一にし、特性に優れたTaスパッタリ ングターゲットを安定して製造できる方法を得ることを課題とする。

本発明は、

30

1. 溶解鋳造したTaインゴット又はビレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等によりスパッタリングターゲットを製造する方法において、インゴット又はビレットを鍛造した後に1373K~1673Kの温度で再結晶焼鈍することを特徴とするTaスパッタリングターゲットの製造方法

- 2. 鍛造と1373K~1673Kの温度での再結晶焼鈍を少なくとも2回繰返すことを特徴とする上記1記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法
- 5 3.1373K~1673Kの温度での再結晶焼鈍に行う鍛造又は圧延後の再 結晶化焼鈍を、再結晶開始温度~1373Kの間で行うことを特徴とする上記1 又は2記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法
 - 4. 最終圧延加工後、再結晶開始温度~1373Kの間で再結晶焼鈍し、さらに ターゲット形状に仕上げ加工することを特徴とする上記1~3のそれぞれに記
- 10 載のTaスパッタリングターゲットの製造方法
 - 5. 圧延した後、結晶均質化焼鈍又は歪取り焼鈍を行うことを特徴とする上記 4 に記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法
 - 6. ターゲットの平均結晶粒径を80μm以下の微細結晶粒とすることを特徴とする上記1~5のそれぞれに記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法
- 15 7. ターゲットの平均結晶粒径を $3.0 \sim 6.0 \, \mu\, m$ の微細結晶粒とすることを特徴とする上記 $1 \sim 5$ のそれぞれに記載のTa スパッタリングターゲットの製造方法
- 8. ターゲットの表面又は内部に筋状又は塊状の不均質なマクロ組織が存在しないことを特徴とする上記 1~7のそれぞれに記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法及び同方法によって得られたTaスパッタリングターゲットを提供する。

図面の簡単な説明

図1は、本発明の鍛造及び再結晶焼鈍を施して得たTaターゲットの顕微鏡 25 組織写真を示す。図2は、従来の鍛造及び再結晶焼鈍を施して得たTaターゲットの概観組織写真を示す。図3は、従来の鍛造及び再結晶焼鈍を施して得た Taターゲットの顕微鏡組織写真を示す。 15

20

25

発明の実施の形態

本発明のスパッタリングターゲットは、次のような工程によって製造する。

5 その具体例を示すと、まずタンタル原料(通常、4N5N以上の高純度Taを使用する)を電子ビーム溶解等により溶解し、これを鋳造してインゴット又はビレットを作製する。次に、このインゴット又はビレットを冷間鍛造、圧延、焼鈍(熱処理)、仕上げ加工等の一連の加工を行う。製造工程は従来技術とほぼ同様であるが、特に重要なことは、再結晶焼鈍(熱処理)を1373K~167

鍛造によって、鋳造組織を破壊し、気孔や偏析を拡散あるいは消失さることができ、さらにこれを焼鈍することにより再結晶化させ、この冷間鍛造と再結晶焼鈍により、組織の緻密化と強度を高めることができるが、特に再結晶焼鈍を $1373K\sim1673K$ の高温で実施することにより、従来技術で発生した筋状の模様を完全に消失させることができた。

したがって、図1に示すターゲット表面の、結晶粒の顕微鏡組織のように、周 辺の通常結晶組織の中に、皺状に集合した異相の結晶粒が観察されることはなく、 均一なターゲット組織が得られた。

従来技術の製造工程で発生した、皺状に集合した異相の結晶粒の発生原因を調べてみると、熱間鍛造とその後の再結晶焼鈍を実施しても、インゴット又はビレット内の一次結晶粒(50mm程度の)が残存し、1173K(900°C)程度の再結晶温度では単に一次結晶粒の中に再結晶粒が発生しているように見える。

すなわち、鍛造によって一次結晶粒は押し潰され、殆ど消失するように見えるが、その後の1173K程度の再結晶化温度では、一次結晶の破壊が完全ではなく、一部、一次結晶痕跡が残存すると考えられる。

これはその後の鍛造と再結晶焼鈍でも消失することがなく、最終的に仕上げ加工した段階で、皺状に集合した異相の結晶粒となったものと考えられる。

5

10

15

20

以上から、鍛造によって鋳造組織を破壊するとともに、再結晶化を十分に行うことが必要であることが分かった。このため本発明において、溶解鋳造したTaインゴット又はビレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等により加工する際、インゴット又はビレットを鍛造した後に1373K~1673Kの温度で再結晶焼鈍するものである。

これによって、Taターゲットに皺状に集合した異相の結晶粒の発生を無くし、 膜の均一性(ユニフォーミティ)を良好にし、またアーキングやパーティクル の発生を抑制し、スパッタ成膜の品質を向上させることが可能となった。

本発明の通常の製造工程としては、例えばタンタル原料(純度4N5以上)を電子ビーム溶解後、鋳造してインゴット又はビレットとし、次にこれを冷間鍛造-1373K~1673Kの温度での再結晶焼鈍-冷間鍛造-1373K~1673Kの温度での再結晶焼鈍-冷間鍛造-再結晶開始温度~1373Kの間での再結晶焼鈍-冷間(熱間)圧延-再結晶開始温度~1373Kの間での再結晶焼鈍-冷間(熱間)圧延-再結晶開始温度~1373Kの間での再結晶焼鈍での再結晶焼鈍-仕上げ加工を行ってターゲット材とする。

上記の加工プロセスにおいて、 $1373K\sim1673K$ の温度での再結晶焼 鈍は1回でも良いが、2回繰返すことによって前記皺状の欠陥を効果的に減少 させることができる。1373K未満の温度では、上記皺状の欠陥をなくすこ とが困難であり、また1673Kを超えると異常粒成長が起こり、粒径不均一 となるので1673K以下とするのが望ましい。

上記1373K~1673Kの温度での再結晶焼鈍を行って上記皺状の欠陥を除去した後については、鍛造又は圧延後の再結晶化焼鈍を再結晶開始温度~1373Kの間で行うことができる。

25 最終圧延加工後、再結晶開始温度~1373Kの間で再結晶焼鈍し、これをタ ーゲット形状に仕上げ加工(機械加工等を)することができる。

以上の工程により、Ta ターゲットの皺状の欠陥を消失させ、かつ平均結晶粒径を 80μ m以下の微細結晶粒、さらには $30\sim60\mu$ mの微細結晶粒を持つ均一性に優れたTa ターゲットを得ることができる。

実施例及び比較例

次に、実施例について説明する。なお、本実施例は発明の一例を示すための 5 ものであり、本発明はこれらの実施例に制限されるものではない。すなわち、 本発明の技術思想に含まれる他の態様及び変形を含むものである。

(実施例1)

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鋳造して厚さ200mm、直径200mm ϕ のインゴット又はビレットとした。この場合の結晶粒径は約55mmであった。次に、このインゴット又はビレットを室温で伸ばした後、1500Kの温度での再結晶焼鈍した。これによって平均結晶粒径が200 μ mの組織を持つ厚さ100mm、直径100mm ϕ の材料が得られた。

次に、これを再度室温で冷間こねくり鍛造し、再び1480 K温度で再結晶 15 焼鈍を実施した。これによって平均結晶粒径が 100μ mの組織を持つ厚さ 100 mm、直径 100 mm ϕ の材料が得られた。

次に、これを冷間こねくり鍛造と1173 Kの再結晶焼鈍を行い、次いで再度冷間圧延と1173 Kでの再結晶焼鈍及び仕上げ加工を行って厚さ10 mm、直径320 mm ϕ のターゲット材とした。

このTaターゲットを使用してスパッタリングを実施したところ、膜の均一性 25 (ユニフォーミティ)が良好であり、8インチウエハーで膜厚バラツキ5%、またアーキングやパーティクルの発生が無く、スパッタ成膜の品質を向上させることができた。

(実施例2)

純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鋳造して厚さ200mm、直径200mm ϕ のインゴット又はビレットとした。この場合の結晶粒径は約50mmであった。次に、このインゴット又はビレットを室温で冷間鍛伸した後、1500Kの温度での再結晶焼鈍した。これによって平均結晶粒径が200 μ mの組織を持つ厚さ100mm、直径100mm ϕ の材料が得られた。

10 次に、これを再度室温で冷間こねくり鍛造し、1173 K温度で再結晶焼鈍を実施した。これによって平均結晶粒径が 80μ mの組織を持つ厚さ100 m m、直径100 mm ϕ の材料が得られた。

次に、これを冷間こねくり鍛造と1173 Kの再結晶焼鈍を行い、次いで再度冷間圧延と1173 Kでの再結晶焼鈍及び仕上げ加工を行って厚さ10 mm、直径320 mm ϕ のターゲット材とした。

以上の工程により、皺状の欠陥が無く、かつ平均結晶粒径 $35\mu m$ の微細結晶粒を持つ均一性に優れたTa9ーゲットを得ることができた。実施例 2 で得られたTa9ーゲットの顕微鏡写真は、図 12 に同様な結晶構造を持つものであった。

このTaターゲットを使用してスパッタリングを実施したところ、膜の均一性 (ユニフォーミティ)が良好であり、8インチウエハーで膜厚バラツキ5%、またアーキングやパーティクルの発生が無く、スパッタ成膜の品質を向上させることができた。

(実施例3)

純度99.997%のタンタル原料を電子ピーム溶解し、これを鋳造して厚 25 さ200mm、直径300mmφのインゴット又はピレットとした。この場合 の結晶粒径は約50mmであった。次に、このインゴット又はピレットを室温 で冷間鍛伸した後、1500Kの温度での再結晶焼鈍した。これによって平均 結晶粒径が250μmの組織を持つ厚さ100mm、直径100mmφの材料が得られた。

15

20

次に、これを再度室温で冷間こねくり鍛造し、1173 K温度で再結晶焼鈍を実施した。これによって平均結晶粒径が 80μ mの組織を持つ厚さ100 m m、直径100 mm ϕ の材料が得られた。

次に、これを冷間こねくり鍛造と1173Kの再結晶焼鈍を行い、次いで再度冷間圧延と1173Kでの再結晶焼鈍及び仕上げ加工を行って厚さ10mm、直径320mmφのターゲット材とした。

以上の工程により、皺状の欠陥が無く、かつ平均結晶粒径 50 μmの微細結晶 10 粒を持つ均一性に優れた Ta ターゲットを得ることができた。実施例 3 で得られた Ta ターゲットの顕微鏡写真は、図 1 と同様な結晶構造を持つものであった。

このTaターゲットを使用してスパッタリングを実施したところ、膜の均一性 (ユニフォーミティ) が良好であり、8インチウエハーで膜厚バラツキ6%、またアーキングやパーティクルの発生が無く、スパッタ成膜の品質を向上させることができた。

(比較例1)

15

20

25

実施例1と同様の純度99.997%のタンタル原料を電子ビーム溶解し、これを鋳造して厚さ200mm、直径200mm ϕ のインゴット又はビレットとした。この場合の結晶粒径は約55mmであった。次に、このインゴット又はビレットを室温で冷間こねくり鍛造した後、1173Kの温度での再結晶焼鈍した。これによって平均結晶粒径が180 μ mの組織を持つ厚さ100mm、直径100mm ϕ の材料が得られた。

次に、これを再度室温で冷間こねくり鍛造し、再び1173 K温度で再結晶焼鈍を実施した。これによって平均結晶粒径が 80μ mの組織を持つ厚さ10 0 mm、直径100 mm ϕ の材料が得られた。

次に、これを冷間圧延と1173Kでの再結晶焼鈍及び仕上げ加工を行って厚さ $10\,\mathrm{mm}$ 、直径 $320\,\mathrm{mm}$ ϕ のターゲット材とした。

以上の工程により得たTaターゲットの中心部から周辺部にかけて皺状の多数 の痕跡が見られ、異相の結晶組織を持つTaターゲットとなった。また、この比 較例1で得られたTaターゲットの顕微鏡写真は、図3と同様な結晶構造を持つ ものであった。 このTaターゲットを使用してスパッタリングを実施したところ、膜の均一性 (ユニフォーミティ) が悪く、8インチウエハーで膜厚バラツキ10%、また アーキングやパーティクルの発生があり、スパッタ成膜の品質を低下させる原 因となった。

発明の効果

本発明は、Taスパッタリングターゲットの製造方法において、材料インゴット又はビレットの鍛造、再結晶焼鈍、圧延加工等を行って結晶粒を調整するとともに、ターゲット中に皺状に集合した異相の結晶粒の発生を無くし、また膜の均一性(ユニフォーミティ)を良好にすると共に、アーキングやパーティクルの発生を抑制し、スパッタ成膜の品質を向上させることができるという優れた効果を有する。

請求の範囲

- 5 1. 溶解鋳造したTaインゴット又はビレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等によりスパッタリングターゲットを製造する方法において、インゴット又はビレットを鍛造した後に1373K~1673Kの温度で再結晶焼鈍することを特徴とするTaスパッタリングターゲットの製造方法。
- 2. 鍛造と1373K~1673Kの温度での再結晶焼鈍を少なくとも2回繰 10 返すことを特徴とする請求の範囲第1項記載のTaスパッタリングターゲット の製造方法。
 - 3. 1373K~1673Kの温度での再結晶焼鈍に行う鍛造又は圧延後の再結晶化焼鈍を、再結晶開始温度~1373Kの間で行うことを特徴とする請求の範囲第1項又は第2項記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
- 15 4. 最終圧延加工後、再結晶開始温度~1373Kの間で再結晶焼鈍し、さらに ターゲット形状に仕上げ加工することを特徴とする請求の範囲第1項~第3項 のそれぞれに記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
 - 5. 圧延した後、結晶均質化焼鈍又は歪取り焼鈍を行うことを特徴とする請求の 範囲第4項に記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
- 20 6. ターゲットの平均結晶粒径を80μm以下の微細結晶粒とすることを特徴とする請求の範囲第1項~第5項のそれぞれに記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
 - 7. ターゲットの平均結晶粒径を $30\sim60\mu$ mの微細結晶粒とすることを特徴とする請求の範囲第1項〜第5項のそれぞれに記載のTaスパッタリングター
- 25 ゲットの製造方法。
 - 8. ターゲットの表面又は内部に筋状又は塊状の不均質なマクロ組織が存在しないことを特徴とする請求の範囲第1項~第7項のそれぞれに記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法及び同方法によって得られたTaスパッタリングターゲット。



補正書の請求の範囲

[2003年12月9日(09.12.03)国際事務局受理: 出願当初の請求の範囲1は取り下げられた;出願当初の請求の範囲2、3、4、6、7及び 10は補正された:新しい請求の範囲8及び9が加えられた。]

5 1. (削除)

10

- 2. (補正後) 溶解鋳造したTaインゴット又はビレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等によりスパッタリングターゲットを製造する方法において、インゴット又はビレットを鍛造した後に $1373K\sim1673K$ の温度で再結晶焼鈍し、鍛造と $1373K\sim1673K$ の温度での再結晶焼鈍を少なくとも2回繰返すことを特徴とするTaスパッタリングターゲットの製造方法。
- 3. (補正後) 1373K~1673Kの温度での再結晶焼鈍に行う鍛造又は 圧延後の再結晶化焼鈍を、再結晶開始温度~1373Kの間で行うことを特徴と する請求の範囲第2項記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
- 4. (補正後) 最終圧延加工後、再結晶開始温度~1373Kの間で再結晶焼鈍 し、さらにターゲット形状に仕上げ加工することを特徴とする請求の範囲第2 項又は第3項のそれぞれに記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
 - 5. 圧延した後、結晶均質化焼鈍又は歪取り焼鈍を行うことを特徴とする請求の 範囲第4項に記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
- 6. (補正後) ターゲットの平均結晶粒径を80μm以下の微細結晶粒とするこ 20 とを特徴とする請求の範囲第2項~第5項のそれぞれに記載のTaスパッタリ ングターゲットの製造方法。
 - 7. (補正後) ターゲットの平均結晶粒径を $30\sim60\mu$ mの微細結晶粒とすることを特徴とする請求の範囲第2項~第5項のそれぞれに記載のTaスパッタリングターゲットの製造方法。
- 25 8. (追加) 溶解鋳造したTaインゴット又はビレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等によりスパッタリングターゲットを製造する方法において、インゴット又はビレットを鍛造した後に1373K~1673Kの温度で再結晶焼鈍し、ターゲットの平均結晶粒径を80μm以下の微細結晶粒とすることを特徴とするTaスパッタリングターゲットの製造方法。

パッタリングターゲット。



- 9. (追加) 溶解鋳造したTaインゴット又はビレットを鍛造、焼鈍、圧延加工等によりスパッタリングターゲットを製造する方法において、インゴット又はビレットを鍛造した後に $1373K\sim1673K$ の温度で再結晶焼鈍し、ターゲットの平均結晶粒径を $30\sim60\mu$ mの微細結晶粒とすることを特徴とするTaスパッタリングターゲットの製造方法。
- 10. (補正後) ターゲットの表面又は内部に筋状又は塊状の不均質なマクロ組織が存在しないことを特徴とする請求の範囲第2項~第9項のそれぞれに記載の Taスパッタリングターゲットの製造方法及び同方法によって得られたTaス



条約第19条(1)に基づく説明書

請求の範囲の第1項を削除した。同第2項を独立項とし、同第8項及び同第9項を独立請求項として追加した。他の項は全て同第2項又は同第8項及び同第9項に直接的又は間接的に従属する請求の範囲とした。

独立項である第2項は、鍛造と再結晶焼鈍を少なくとも2回以上繰返すT aスパッタリングターゲットに関し、これによって皺状の欠陥を効果的に減少させるものであるが、国際調査報告の文献1(J P 6 - 2 6 4 2 3 2)に提示された発明には一切記載がない技術である。以上から、本件独立項である第2項及びこれに従属する発明は、全ては新規性及び進歩性を有する。

また、独立項である第8項及び第9項の発明は、平均結晶粒径を80 μ m以下、さらには30~60 μ mの微細結晶とするものであり、国際調査報告で提示された文献の新規性・進歩性否定の対象外である。当然のことながら、同第8項及び第9項並びにこれらに従属する発明は全て、新規性・進歩性を有する。

以上から、補正後の本件発明は全て新規性及び進歩性を有するものであり、特 許性がある。



1/2 図1

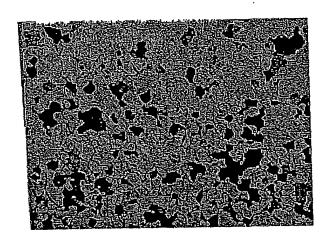
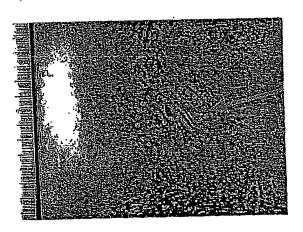
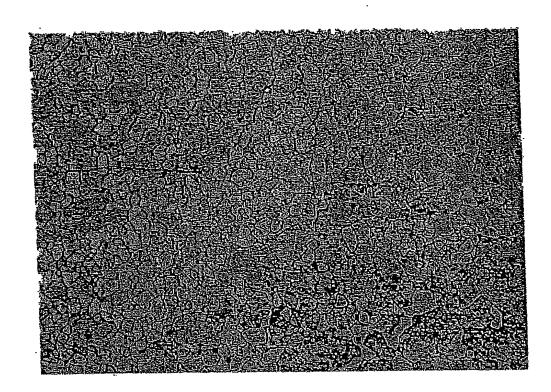


図 2



2/2

図 3



 $200 \mu \text{m}$



International application No.
PCT/JP03/09574

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER Int.Cl ⁷ C23C14/34, C22F1/18, B21J1/02, 5/00				
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC				
B. FIELD	SEARCHED			
	ocumentation searched (classification system followed			
int.	Cl ⁷ C23C14/34, C22F1/18, B21J1	.702, 5700		
	ion searched other than minimum documentation to the			
Kokai	Jitsuyo Shinan Koho 1971-2003	Toroku Jitsuyo Shinan Koho Jitsuyo Shinan Toroku Koho	o 1996–2003	
	ata base consulted during the international search (nam		rch terms used)	
	L[IC=C23C-014/34 and tantalum [(TANTARU+tantulum)*(TAGETTO+t		nd in English)	
C. DOCU	MENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT			
Category*	Citation of document, with indication, where ap	propriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.	
Х	JP 6-264232 A (Nippon Mining 20 September, 1994 (20.09.94) Full descriptions (Family: none)		.1-5,8	
A	WO 99/66100 A1 (JONSON MATTH 23 December, 1999 (23.12.99), Full descriptions & JP 2002-518593 A Full descriptions		1-8	
A	JP 2001-271161 A (Mitsui Min Ltd.), 02 October, 2001 (02.10.01), Full descriptions (Family: none)	ing & Smelting Co.,	1-8	
X Furth	er documents are listed in the continuation of Box C.	See patent family annex.		
	l categories of cited documents: ent defining the general state of the art which is not	"T" later document published after the interpriority date and not in conflict with t		
conside	ered to be of particular relevance	understand the principle or theory und	lerlying the invention	
date	document but published on or after the international filing	"X" document of particular relevance; the considered novel or cannot be considered.	ered to involve an inventive	
	ent which may throw doubts on priority claim(s) or which is be establish the publication date of another citation or other	step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the	claimed invention cannot be	
special	special reason (as specified) considered to involve an inventive step when the document is			
means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "Combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art document member of the same patent family				
Date of the actual completion of the international search 22 October, 2003 (22.10.03) Date of mailing of the international search report 04 November, 2003 (04.11.03)				
	nailing address of the ISA/	Authorized officer		
Japa	Japanese Patent Office			
Facsimile No.		Telephone No.		





International application No. PCT/JP03/09574

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No
A	JP 2000-239835 A (Japan Energy Corp.), 05 September, 2000 (05.09.00), Full descriptions (Family: none)	1-8
		·



A. 発明の属する分野の分類(国際特許分類(IPC))

Int. Cl' C23C14/34,

C22F1/18

B21J1/02, 5/00

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料(国際特許分類(IPC))

Int. Cl' C23C14/34,

C22F1/18

B21J1/02, 5/00

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報

1922-1996年

日本国公開実用新案公報

1971-2003年

日本国登録実用新案公報

1994-2003年

日本国実用新案登録公報

1996-2003年

国際調査で使用した電子データベース(データベースの名称、調査に使用した用語)

WPI/L [IC=C23C-014/34 and tantalum and target] JOIS [(タンタル+tantulum)*(ターゲット+target)]

C.	関連する	レ駆め	Ch.	猫女ス
.	田田 りん)		ショレ	\sim \sim \sim

し. 関連すると認められる人獣		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Х	JP 6-264232 A (日鉱金属株式会社) 1994.09.20,明細書全文 (ファミリーなし)	1-5, 8
A	WO 99/66100 A1 (JONSON MATTHEY ELECTRONICS, INC) 1999. 12. 23, 明細書全文& JP 2002-518593 A, 明細書全文	1-8
A	JP 2001-271161 A (三井金属鉱業株式会社) 2001.10.02,明細書全文 (ファミリーなし)	1 – 8

区欄の続きにも文献が列挙されている。

↓ │ パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

- 「A」特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示す もの
- 「E」国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日 以後に公表されたもの
- 「L」優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行 日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する 文献(理由を付す)
- 「O」ロ頭による開示、使用、展示等に言及する文献
- 「P」国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

- の日の後に公表された文献
- 「T」国際出願日又は優先日後に公表された文献であって 出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論 の理解のために引用するもの
- 「X」特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明 の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
- 「Y」特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以 上の文献との、当業者にとって自明である組合せに よって進歩性がないと考えられるもの
- 「&」同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

22.10.03

国際調査報告の発送日

04.11.03

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官(権限のある職員) 瀬良 聡機



4G 9046

電話番号 03-3581-1101 内線 3416



国際出願番号 PCT/JP03/09574

C_(続き)	関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号	
A	JP 2000-239835 A (株式会社ジャパンエナジー) 2000.09.05,明細書全文 (ファミリーなし)	1-8	
		·	
·			

This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS

IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

FADED TEXT OR DRAWING

BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

SKEWED/SLANTED IMAGES

COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

GRAY SCALE DOCUMENTS

LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.